

Análise multirresíduos de agrotóxicos em alface.

Anna Isabel G. Costa^{1*} (PG), Flaviane A. de Sousa¹ (PG), Maria Eliana L. R. de Queiroz¹ (PQ), Antônio A. Neves¹ (PQ), Laércio Zambolim¹ (PQ).

¹Universidade Federal de Viçosa – UFV *belquido30@hotmail.com

Palavras Chave: cromatografia gasosa, agrotóxicos, alface.

Introdução

Segundo os relatórios emitidos pelo PARA (Programa de Análise de Resíduos de Agrotóxicos em Alimentos) no decorrer dos anos de 2002 a 2009, a alface é uma das culturas que vem apresentando resultados insatisfatórios. Estes resultados referem-se às amostras que apresentaram ingredientes ativos de agrotóxicos acima do Limite Máximo de Resíduos (LMR) permitido ou resíduos de ingredientes ativos não autorizados para a cultura. Para o monitoramento desses resíduos são empregados métodos clássicos de extração. O desenvolvimento de métodos mais rápidos e eficazes, visando menor consumo de solvente e de amostra, que geram menor contaminação ambiental se torna necessário¹. Neste trabalho, procurou-se adaptar a técnica de extração sólido-líquido com partição em baixa temperatura (ESL-PBT) e análise por cromatografia gasosa com detector por captura de elétrons (CG-DCE) para determinação dos principais agrotóxicos encontrados nas amostras de alface.

Resultados e Discussão

Amostras de alface foram fortificadas com 0,20 $\mu\text{g g}^{-1}$ de clorotalonil, parationa-metílica, clorpirifós, procimidona, endossulfam e cipermetrina, 1,00 $\mu\text{g g}^{-1}$ de tiametoxam e 0,40 $\mu\text{g g}^{-1}$ de permetrina e de deltametrina. Na otimização do método ESL-PBT as amostras fortificadas foram submetidas à etapa de extração e os extratos analisados por cromatografia gasosa. As variáveis do método avaliadas na otimização univariada foram: solvente extrator (acetonitrila; acetonitrila:acetato de etila); adição de água (4,0; 2,0; 1,0; 0,5 mL e s/ água); modo e tempo de agitação (mesa agitadora 10 e 20 min; ultra-som 1 e 10 min; vórtex 0,5 e 1 min), tempo de congelamento (3; 6; 12; e 24 h) e tempo de centrifugação (1; 3; e 5 min). Todos os ensaios foram realizados em triplicata. O método otimizado consiste em acrescentar a 4,0000 g de alface, 1,0 mL de água, 6,5 mL de acetoneitrila e 1,5 mL de acetato de etila, resultando na formação de fase única. Essa mistura é homogeneizada em mesa agitadora (10 minutos), centrifugada por 3 minutos a 1.200 g e levada ao freezer à -20 °C por 3 horas. Nestas condições as fases são separadas e o extrato orgânico, contendo os princípios ativos, é passado por um papel de filtro contendo sulfato de

sódio anidro. Esse extrato é recuperado e analisado por CG-DCE, obtendo-se taxas de recuperação superiores a 70% para a maioria dos agrotóxicos. O método ESL-PBT otimizado foi validado, apresentando seletividade e boa linearidade para a maioria dos compostos. Os coeficientes de correlação (r) variaram de 0,9936 (clorotalonil) a 0,9992 (endossulfam). Os resultados para as demais figuras de mérito avaliadas na etapa de validação estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Principais figuras de mérito da validação do método de ESL-PBT.

| Figuras de mérito | Resultado |
|------------------------------|-------------|
| LD ($\mu\text{g kg}^{-1}$) | 0,4 a 52 |
| LQ ($\mu\text{g kg}^{-1}$) | 1,2 a 171,6 |
| Precisão – CV (%) | 0,9 a 18,1 |
| Exatidão - % recuperação | >70 |

Os valores de LQ estão abaixo do LMR permitido para todos os compostos, com exceção do tiametoxam. A precisão apresentou coeficientes de variação (CV) aceitáveis para amostras complexas². A exatidão do método avaliada mediante ensaios de recuperação em três diferentes concentrações apresentou resultados estatisticamente equivalentes entre si, ao nível de 95% de confiança, pelo Teste de Tukey.

Conclusões

O método ESL-PBT - CG/DCE desenvolvido é simples, eficaz, com pequeno consumo de solvente e baixo custo podendo ser aplicado em análise de rotina para determinação dos principais agrotóxicos encontrados em amostras de alface.

Agradecimentos

À Capes/Reuni, ao CNPq, à Fapemig e à UFV.

¹Kristenson, E. M.; Ramos, L.; Brinkman, U. A. *Trends in Analytical Chemistry*, **2006**, *25*, 96.

²Ribani, M.; Bottoli, C. B. G.; Collins, C. H.; Jardim, I. C. S. F.; Melo, L. F. C. *Química Nova*, **2004**, *27*, 771.